

# 脉冲电流作用下纯铁及 RPV 钢缺陷“修复”的正电子湮没研究

文海懿<sup>1</sup> 全琪玮<sup>2</sup> 杨炫烨<sup>1</sup> 赵文增<sup>1</sup> 张思敏<sup>1</sup> 吴奕初<sup>1</sup> 刘向兵<sup>2</sup>

1 (武汉大学物理科学与技术学院, 湖北省核固体物理重点实验室, 武汉 430072)

2 (苏州热工研究院有限公司 苏州 201800)

**摘要** 为探究电脉冲处理 (Electropulsing treatment, 简称 EPT) 对金属材料缺陷的修复作用, 设计了一套电脉冲处理设备和与其配套的处理方法, 并对电子辐照样品与拉伸样品等含有缺陷的金属材料进行电脉冲处理。利用正电子谱学对原子尺度缺陷的十分灵敏的特点, 对电脉冲处理后样品进行正电子寿命谱等表征, 获得纯铁及 RPV 钢辐照或形变产生缺陷可通过电脉冲处理部分“修复”, 缺陷“修复”的效果既与样品初始状态有关, 又与电脉冲处理参数有关, 正电子湮没作为新的无损检测方法有望给出脉冲电流作用下材料损伤或缺陷“修复”的判据, 可方便、快速及高灵敏探测实际工况部件的缺陷状态。

**关键词** 正电子湮没; 脉冲电流; 缺陷; 修复; 纯铁

**中图分类号** TL99; TB303

**DOI:**

## Positron Annihilation Study on Defect Repair of Pure Iron and RPV Steel under Electropulsing treatment

WEN Haiyi<sup>1</sup> QUAN Qiwei<sup>2</sup> YANG Xuanye<sup>1</sup> ZHAO Wenzeng<sup>1</sup> ZHANG Simin<sup>1</sup> WU Yichu<sup>1</sup>  
LIU Xiangbing<sup>2</sup>

1 (School of Physics and Technology, Hubei Key Laboratory of Nuclear Solid State Physics, Wuhan University, Wuhan 430072, China)

2 (Suzhou Nuclear Power Research Institute, Suzhou 215004, China)

国家自然科学基金(12275200、U23B2072), 国家重点研发计划项目课题(2019YFA0210003, 2021YFA1600903)资助

第一作者: 文海懿, 男, 1998 年出生, 2021 年于武汉大学物理系获学士学位, 现为武汉大学物理科学与技术学院粒子物理与原子核物理硕士研究生

通讯作者: 吴奕初, E-mail: ycwu@whu.edu.cn

收稿日期: 20XX-00-00, 修回日期: 20XX-00-00

**Abstract [Background]:** The defects generated during the working process of metal materials have a significant impact on their performance. For example, the radiation-induced embrittlement and hardening of RPV steels are a factor of concern, which hinders the life extension of the RPV. Annealing treatment is applied to alleviate irradiation-induced precipitates and defects and recover RPV's mechanical properties in the past few decades to extend the in-service lifetime of the RPV. Unfortunately, this conventional method generally requires a high treatment temperature and long operation time, inevitably wasting considerable energy due to the huge size of the RPV. Recently, as a more convenient and energy-saving method, the repair of metal defects by electropulsing treatment (EPT) has been developed.

**[Purpose]:** Design and construct a device for EPT processing of samples. The repairs of defects in electron irradiated and deformed iron and RPV steel after EPT has been investigated by using positron lifetime spectroscopy.

**[Methods]:** Electron irradiated pure iron and RPV steel samples were subjected to multi parameter EPT, and the changes in defects of the samples with EPT were characterized by positron lifetime spectroscopy. In addition, the mechanical properties of pure iron tensile samples were characterized by micro Vickers hardness, and the defect information was characterized by positron lifetime spectroscopy to investigate the relationship between macroscopic properties and microstructure.

**[Results]:** The defects introduced by electron irradiation in pure iron and RPV steel samples gradually recover after EPT and exhibit similar patterns to annealing treatment. After stretching, the number of defects in pure iron samples increases, leading to an increase in Vickers hardness. EPT can restore defect and reduce Vickers hardness.

**[Conclusions]:** The EPT equipment and method used in the experiment can indeed recover the defects of metal samples. The samples treated by EPT are characterized by positron lifetime spectroscopy, and defects generated by irradiation or deformation in pure iron and RPV steel can be partially repaired through EPT. The effect of defect repair is not only related to the initial state of the sample, but also to EPT's parameters. As a new non-destructive testing method, positron annihilation is expected to provide a criterion for material damage or defect repair under the action of pulse current, which can conveniently, quickly, and sensitively detect the defect state of actual working components.

**Key words** Positron annihilation, Pulse current, Defect, Repair, Pure iron

电流对物质结构影响的研究已经有相当的历史, 相关研究证实电磁外场作用下可以促进原子扩散、消除缺陷等, 其中电脉冲处理 (Electropulsing treatment, 简称 EPT) 作为一种新型的电磁外场处理手段已经在多种材料的结构调控和成型加工等领域取得突破性进展<sup>[1]</sup>。在微观结构组织调控方面, EPT 不仅可以在纯金属中有效地细化材料凝固和再结晶过程中的晶粒度, 甚至可实现材料微观结构的纳米化, 而且还可以在合金材料中导致第二相的快速析出或固溶, 优化材料的微观组织, 提升材料的综合性能<sup>[2-3]</sup>。

金属作为工业上广泛使用的材料, 在生产与工作的过程中产生的各种缺陷会对其性能造成巨大的影响。如何有效恢复金属缺陷, 延长其工作寿命, 是一个既有安全价值, 又有巨大经济价值的课题。例如目前商用的压水堆核电站核心部件反应堆压力容器 (RPV), 在运行过程中不可更换, 除承受高温、高压、腐蚀等作用外, 强烈的中子辐照使材料产生脆化效应, 韧性降低, 增加了脆性断裂的风险, 并且随着延寿运行年限的延长, 辐照脆化的风险将进一步提升。国际上特别关注一些接近服役年限核电站的延寿, 研究与工程实践均表明 RPV 钢“辐照后退火”处理可以在很大程度上恢复固溶原子团簇、延迟辐照脆化现象的发生, 是实现机组延寿的良好实践方法之一<sup>[4-5]</sup>。但由于 RPV 重量大不易拆卸的特性, 在实际应用中, “非原位”

辐照后退火热处理在实施过程中会产生巨大的困难。与传统退火技术相比，脉冲电流外场的“原位”性能再生修复方法可行性更高，兼具绿色环保和经济节约等特点。相关实验表明，参数合适的脉冲可以有效降低金属材料的缺陷，使得材料的力学性能有所恢复<sup>[2,6-8]</sup>。正电子湮没谱学（PAS）是近几十年发展的核技术研究的新方法，它反映正电子所在处电子密度或电子动量分布的信息，具有对原子尺度缺陷十分敏感的特点，可探测极低浓度（>1ppm）的微小缺陷（>0.1nm）<sup>[9]</sup>，且可以实现无损探测的功能<sup>[10]</sup>。至今，人们从理论和实验上对金属和合金的淬火、形变、相变和辐照等引起的空位、位错等缺陷进行了大量研究，正电子寿命谱可分辨缺陷的类型，采用捕获模型分析，可定量给出空位、空位团浓度和位错密度的变化，已证实铁基合金正电子寿命与空位团大小（空位数）的直接关联，并且成功应用研究纯铁及 RPV 钢的辐照等导致的微结构及缺陷<sup>[5,11-13]</sup>。

目前 EPT 处理效果的研究对原子尺度缺陷及其与宏观力学性能的关系的关注较少，未发现文献报道采用正电子湮没谱学来表征 EPT 处理前后缺陷的变化规律。因此，本文通过自行设计的脉冲电流处理设备与方法，采用正电子寿命谱研究了纯铁及 RPV 钢电子辐照及形变样品经电脉冲处理后对缺陷的“修复”行为。

1 实验

1.1 电脉冲处理实验装置的设计

为实现对电脉冲处理对金属样品中缺陷的“修复”，设计如图 1 所示的电脉冲处理装置，该装置包括脉冲电源、样品夹具、导线及分压电阻等，其特点是脉冲电流参数可大幅度、精细调整；对处理样品的种类、规格有较大的兼容度。

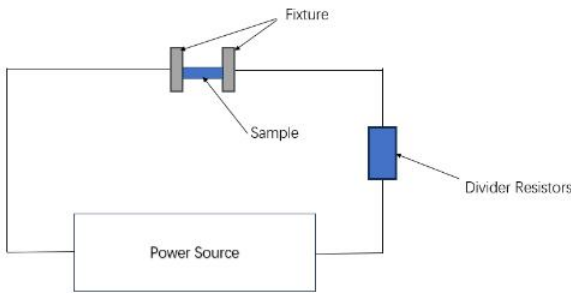


图 1 电脉冲装置设计简图  
Fig.1 Design diagram of EPT device

电源(Power Source)：用以产生电脉冲输出，是设备的核心组成部分，主要参数如下：输出电流调节范围在 14A-200A 之间,调节步长为 1A;输出脉冲周期调节步长为 0.01ms;脉冲宽度设置范围为 0.1ms-0.3ms，设置步长为 0.001ms。此外，本装置的参数还有一些额外的限制：（1）脉冲电流的占空比（Duty Ratio，脉宽和脉冲周期之比）需小于 2%；（2）输出电压、输出电流与占空比之积为输出功率，输出功率应小于 150W。

样品夹具(Fixtures)：样品兼容性的关键在于样品夹具的设计，具体如图 2 所示，由紫铜块 CNC 一体加工而成。此夹具可将较大尺寸范围的方片、圆片、柱状等常见规格样品稳定地连固定在脉冲处理电路中。在样品夹与样品的连接处还可通过涂抹导电银胶增强电路的稳定性。



图 2 样品夹具及其底座

Fig.2 Fixtures and their base

导线(Wire)及分压电阻(Divider Resistors)等: 使用阻值合适的高功率分压电阻, 使得输出电流确定后, 输出电压稳定在 20V-50V 之间, 以达到最好的脉冲波形。为降低电路对高电流的承受能力, 防止焦耳热升温过大造成电路阻值的大幅度变化, 设备选用选择粗铜芯双绞线来降低电路发热同时减轻高频电流可能产生的集肤效应, 分压电阻选择铜壳 200W 电阻, 阻值分别为 0.1 Ω 与 0.22 Ω, 通过并联与串联可以达成较大的阻值调整范围。

此设备仍有后续升级改装空间。为了研究在空气中易氧化样品、需要加热到某一温度后再处理的样品等, 可在在样品连接部分加装真空室, 并在其中加装控温与加热组件。另外, 此设备也作为主要模块之一, 用以组成有一种复合设备, 将正电子测量系统, 真空系统, 温控系统等与此设备组合, 依赖最近出现的高计数率正电子湮没寿命谱仪技术<sup>[14]</sup>, 此设备可以在电脉冲处理的过程中快速测得多个正电子寿命谱, 原位测得电脉冲作用下样品微观结构的变化规律。

1.2 实验样品及处理

实验采用的纯铁为中科院金属所提供 200mm×80mm×800mm 纯度为 99.95%的退火态铁锭。通过线切割加工为标准拉伸样品及电子辐照(10mm×10mm×0.5mm)所需规格。RPV 钢为中国一重公司生产的 A508-3 钢,规格为 15mm×15mm×1mm, 其成分见表 1。为消除表面加工等可能产生缺陷, 所有样品辐照前进行真空退火、机械抛光和电化学抛光<sup>[13]</sup>。

表 1 A508-3 钢各成分质量分数  
Table 1 Mass fraction of each component in A508-3 steel

元素 Elements	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Cu	Mo	V	Fe
ω /%	0.18	0.16	1.41	0.0027	<0.005	0.12	0.75	<0.02	0.46	0.005	Bal.

电子辐照实验委托中国科学院上海近代物理研究所进行, 辐照能量为 1.5MeV, 注入量为 2.5×10<sup>18</sup>e/cm<sup>2</sup>。经计算机软件 CASINO (v2.4.8.1) 模拟, 其能量损失峰处于 0.3mm-0.4mm, 辐照完全穿透整个样品, 向样品全深度引入了辐照效应。对辐照样品的电脉冲处理, 设置两类样品, 分别为纯铁和 RPV 钢, 每类各有一组初始态样品与三组电子辐照样品共 8 组样品。具体参数见表 2:

表 2 纯铁与 RPV 钢电子辐照样品的脉冲电流处理参数  
Table 2 Pulse current treatment parameters for electron irradiated samples of pure iron and RPV steel

成分 Component	频率 Frequency/Hz	电流密度 Current density/A·mm <sup>2</sup>	脉冲宽度 Pulse width/ms	处理时间 Time/minutes
铁 Iron	0	0	0	0
铁 Iron	100	10	0.2	60
铁 Iron	100	30	0.2	60
RPV 钢 RPV steel	0	0	0	0
RPV 钢 RPV steel	100	3.33	0.2	60
RPV 钢 RPV steel	100	10	0.2	60

拉伸实验使用 MTS Landmark 370.5 500kN 电液伺服疲劳试验机, 预拉伸程度为 3%, 标准拉伸试样有效变形区域为 20mm×10mm×150mm 长方体, 拉伸后将样品形变区域切割为 10mm×10mm×0.5mm 的方形样品片, 然后进行机械抛光和电化学抛光。同时为进行对照, 将一组 3%拉伸后的纯铁进行 450℃退火 60 min, 拉伸样品电脉冲处理参数见表 3:

表 3 纯铁拉伸样品的处理参数  
Table 2 Parameters for tensile samples of pure iron

样品 Sample	频率 Frequency/Hz	电流密度 Current density/A·mm <sup>2</sup>	脉冲宽度 Pulse width/ms	退火温度 Annealing temperature/°C	处理时间 Time/min
Initial	0	0	0		0
Deformed	0	0	0.2		60
EPT 1	50	10	0.2		60
EPT2	50	30	0.2		60
Annealed	0	0	0	450	60

1.3 测试与表征

实验所用快-快符合正电子寿命谱仪，时间分辨率为 0.2ns，每组测试将封装 <sup>22</sup>Na 正电子源置于两个同样品之间，再将整体放置到两个探测器之间进行测量，其中一个探测器探测起始信号，一个探测器探测终止信号，每组样品统计事件数大于 2×10<sup>6</sup> 个，并将测得的结果进行拟合得到各寿命成分的长度与强度。同时，为了去除正电子在源封装材料、空气中湮没等情况对样品正电子谱的影响，需要首先测试标准样品的正电子寿命谱，并解得这些干扰成分的数值，在后续样品解谱中将其去除。实验所用 YSZ 标准样品（钇稳定氧化锆 Ytria-stabilized zirconia），其正电子寿命为单寿命，长度为 0.18ns，测试 YSZ 寿命谱解出的其他寿命即为源成分。利用软件 Lifetime\_9，去除标样解得的源成分，最后得到样品的正电子寿命结果。

对拉伸形变样品脉冲电流处理后的力学性能的表征，选择进行显微维氏硬度，显微维氏硬度通过使用确定的负载力，将压头压入测试样品表面并维持一段时间，撤去力后在显微镜下测量样品表面压痕对角线的长度，其计算公式为：

$$HV = 0.102 \frac{F}{S} = 0.102 \frac{2F \sin(\frac{\theta}{2})}{D^2}$$

(1)

F 为实验力（N），S 为压痕面积（mm<sup>2</sup>），可由 D 对角线长度（mm）与 θ 压头相对夹角求得。测试时实验每一样品选取 16 个点测得 16 个硬度数据，去除极值后获得每个样品平均维氏硬度值。

2 实验结果及讨论

2.1 纯铁与 RPV 钢电子辐照缺陷的修复

电子辐照纯铁样品的正电子寿命谱结果如图 3 所示。一般在一个样品中会存在多个寿命成分，分别对应单空位 τ<sub>1</sub>、空位团 τ<sub>2</sub> 及微空洞 τ<sub>3</sub>；对纯金属样品，短寿命 τ<sub>1</sub> 代表基体寿命、单空位缺陷，位错，空位与溶质原子复合体等缺陷捕获，由于仪器分辨率限制很难进一步区分，长寿命 τ<sub>2</sub> 代表空位团等缺陷捕获，更长寿命 τ<sub>3</sub> 一般指在更大尺度缺陷（如微孔洞）内形成正电子湮没，金属内部中一般不形成正电子素，所以去除源成分中占比极小的在空气中湮没的寿命后，解谱所得的寿命成分只有 τ<sub>1</sub>、τ<sub>2</sub>，其大小体现各自对应缺陷的尺寸，每一个寿命成分的强度占比 I，代表其对应缺陷的数密度<sup>[9]</sup>。将各寿命成分与其各自所占强度百分比的乘积求和，即为样品的平均寿命 τ<sub>m</sub>。平均寿命是样品内缺陷情况的综合体现。

由图 3 可以得到，纯铁样品在经电子辐照后，其寿命长度 τ<sub>1</sub>、τ<sub>2</sub> 变化都较小，说明样品中的缺陷大小基本不变；而变化较为明显的为 τ<sub>2</sub> 寿命的强度占比 I<sub>2</sub>，在经电子辐照后，I<sub>2</sub> 由 7.9% 上升至 14.0%，辐照后的样品经 10A/mm<sup>2</sup> 的电脉冲处理后，I<sub>2</sub> 略微下降至 13.4%，经 30A/mm<sup>2</sup> 的电脉冲处理后，I<sub>2</sub> 下降至 8.4%，说明样品中空位团的数密度随着脉冲电流参数的增加有较明显的下降。以上的变化导致了样品的平均寿命 τ<sub>m</sub> 出现因电子辐照升高，又随着电脉冲处理降低的趋势。

实验中各组 τ<sub>1</sub> 与原始态之间的差距很小，都接近完美晶格纯铁的体寿命 0.107ns，说明辐照后并没有出现单空位等小缺陷。Eiichi 等人对铁与铁基合金电子辐照缺陷与退火温度的关系的研究结果表明：纯铁的电子辐照缺陷在 200K 之后便会自由扩散，相互吸收，产生更多的空位团并保留下来，使得 I<sub>2</sub> 升高。因

此本实验电子辐照后的纯铁，处于室温（300K）下一段时间，其  $\tau_1$  便会恢复到与初始态的铁接近的数值， $\tau_2$  处于 5-9 个原子数的空位团正电子寿命大小附近<sup>[15]</sup>，而  $I_2$  有比较明显的升高。而当退火温度继续升高， $\tau_1$  处在与完美晶格的纯铁（0.107ns）相近水平几乎没有变化，而  $I_2$  会逐渐降低，直至样品中的缺陷完全恢复<sup>[16-17]</sup>。

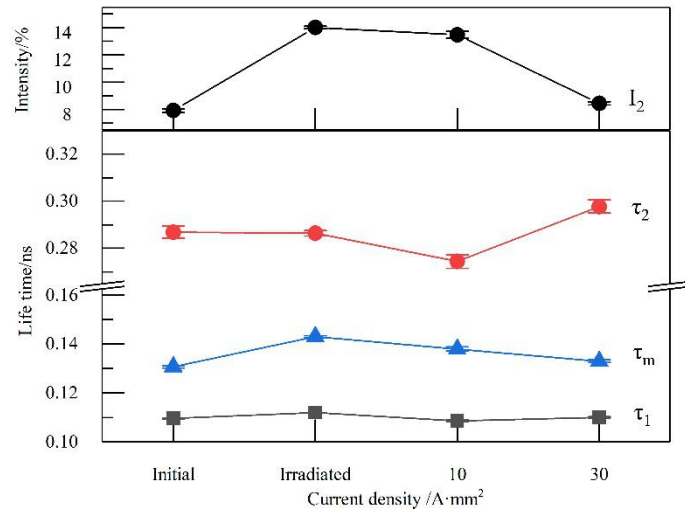


图3 纯铁电子辐照后电脉冲处理样品的正电子寿命结果

Fig.3 Positron lifetime results of pure iron samples with EPT after electron irradiation

电子辐照 RPV 钢样品的正电子寿命谱结果图 4 所示：相较于完全退火初始态，其  $\tau_1$  与  $\tau_2$  都有较为明显的升高， $\tau_1$  由 0.115ns 上升至 0.132ns， $\tau_2$  由 0.205ns 上升至 0.257ns，且  $I_2$  同样在电子辐照后上升。随着脉冲电流参数的升高而下降，其  $\tau_1$ 、 $I_2$  有下降趋势，而  $\tau_2$  的变化不明显。 $\tau_m$  经电子辐照后上升，随着电冲处理参数升高而下降。

RPV 钢在经电子辐照后  $\tau_1$  升高的原因是：作为成分较为复杂的合金钢，RPV 钢在电子辐照后溶质原子与空位复合体等小缺陷在室温下并不会恢复而留存下来，所以导致了  $\tau_1$  高于初始态，此情况与铁铜，铁硅等合金的电子辐照后正电子寿命谱相近<sup>[17]</sup>。将电子辐照后的 RPV 样品进行电脉冲处理后  $\tau_1$  下降，表明空位和位错等小缺陷在电脉冲的作用下恢复； $\tau_2$  的变化不明显， $I_2$  略有下降，体现了此参数的电脉冲对空位团等较大缺陷的恢复效果弱于单空位等小缺陷。 $\tau_m$  在辐照后上升，随着脉冲电流密度的升高而降低，体现了电脉冲处理对样品缺陷的总体“修复”作用。

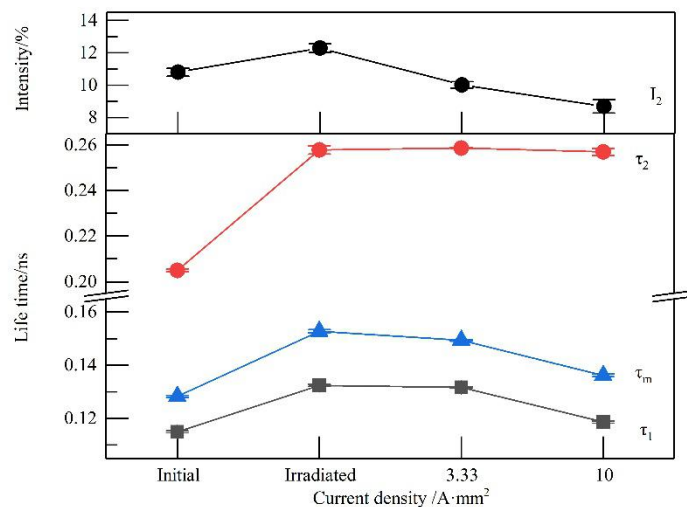


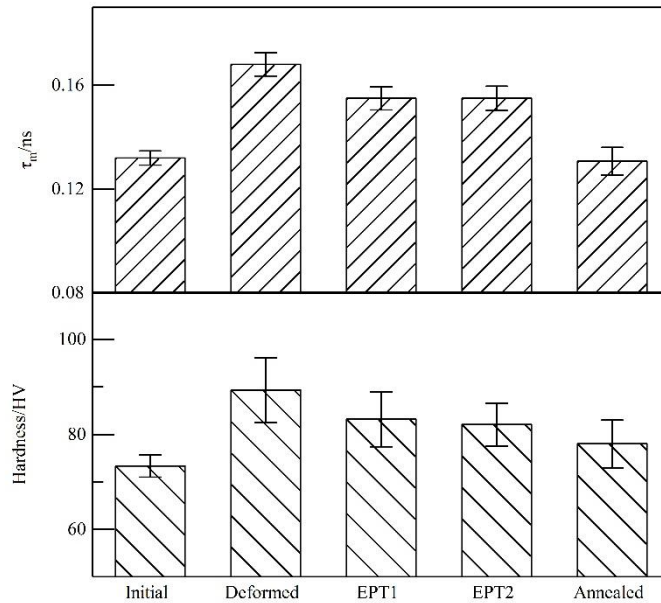
图4 RPV 钢电子辐照后电脉冲处理样品的正电子寿命结果

**Fig.4** Positron lifetime results of RPV steel samples with EPT after electron irradiation

综合纯铁与 RPV 钢的电子辐照样品结果进行分析对比,可以得出:由于其组成成分的区别导致两种样品的正电子寿命谱有所差异,但作为样品的寿命的综合体现,纯铁与 RPV 钢的电子辐照样品的平均寿命  $\tau_m$  在电流脉冲处理后,都呈现出随着脉冲电流密度上升而下降的趋势。在实际的应用中,将平均寿命  $\tau_m$  作为缺陷修复的判据是便利且合理的。为了更加全面、详细地探究电脉冲处理效果的微观机理,下一步工作计划将结合正电子多普勒展宽、符合多普勒展宽等,以表征缺陷周围元素的化学状态、空位原子复合体等信息,最终用于实际生产生活,如 RPV 的延寿项目中。

## 2.2 纯铁形变导致缺陷的修复

图 5 给出纯铁拉伸样品电脉冲处理后平均正电子寿命  $\tau_m$  与维氏硬度的变化。其中的 EPT1,EPT2 分别为表 3 中脉冲电流密度为  $10\text{A/mm}^2$  与  $30\text{A/mm}^2$  的实验组。由于其正电子寿命谱规律与辐照组类似,其原始样品在拉伸 3% 后产生空位、位错、空位团等缺陷,其  $\tau_2$  由  $0.237\text{ns}$  上升至  $0.284\text{ns}$ ,  $I_2$  上升 5.6%,  $\tau_m$  由  $0.132\text{ns}$  的升高至  $0.168\text{ns}$ 。 $450^\circ\text{C}$  退火 1h 后  $I_2$  下降 7.6%, 脉冲电流处理组的结果也显示出恢复效果,  $I_2$  略有下降,但效果弱于退火,  $\tau_m$  也随之下,位于拉伸样品与退火样品之间,这表明对比电子辐照样品,形变样品需更高的脉冲电流密度才能到导致缺陷的更明显“修复”。将样品正电子平均寿命  $\tau_m$  与维氏硬度的变化规律进行对比,可将样品整体微观缺陷的修复与力学性能的变化相联系。由图 5 可见,纯铁样品在经过 3% 拉伸后,其正电子平均寿命与硬度明显上升,在经过两组不同参数的电脉冲处理后,  $\tau_m$  和维氏硬度有相似的下降趋势,作为对照组的退火样品,其  $\tau_m$  和维氏硬度的下降幅度最大,接近样品初始态。

**图 5** 纯铁拉伸样品电脉冲处理后平均正电子寿命  $\tau_m$  与维氏硬度对比**Fig.5** Average positron lifetimes and Vickers Hardness of pure iron stretched samples after EPT

大量实验表明,拉伸造成的晶格畸变可以引入影响正电子寿命的位错与空位型缺陷<sup>[18-20]</sup>,这些空位团、位错等缺陷会对样品的硬化做出相应的贡献<sup>[21]</sup>,而常规的退火在加热过程中,原子的热运动加剧,缺陷附近的原子有足够的能量扩散至缺陷处,使得晶格趋于完整,缺陷得到修复并导致硬度降低<sup>[20,22]</sup>,在实验采用的  $450^\circ\text{C}$  退火附近,  $I_2$  相较形变样品大幅下降,与龚毅豪等  $400^\circ\text{C}$  退火冷轧形变铁的正电子规律一致<sup>[22]</sup>;一些作者研究不锈钢的形变及脆性表明,电脉冲处理也恢复样品形变产生的损伤或缺陷,表征其维氏硬度也有相似的规律<sup>[23-24]</sup>。于是通过维氏硬度的测量可以将宏观力学性能与正电子表征的微观缺陷联系起来,



为更加直观, 将代表样品平均整体缺陷情况的参数寿命  $\tau_m$  与样品维氏硬度对比作图, 结果如图 5 所示。可见样品微观缺陷的变化规律与维氏硬度的变化规律相似, 正电子平均寿命变化反映脉冲电流对形变样品的微观缺陷的修复效果。

退火处理的加热过程中, 原子的热运动加剧, 缺陷附近的原子有足够的能量扩散至缺陷处, 使得晶格趋于完整, 缺陷得到修复并导致硬度降低; 而在电脉冲处理中, 金属样品中的原子除了收到焦耳热效应能量增加外, 还一直在受到高频电流非热效应的扰动, 这些扰动使得金属微结构均匀化, 缺陷恢复。这些对微观缺陷的影响造成了对宏观性能相似的变化, 因此, 通过运用正电子谱技术, 对实际生产生活中金属材料性能改变情况作快速、无损的评估是可行的。

### 3 结语

纯铁与 RPV 钢的电子辐照或形变正电子寿命谱分析表明, 本文初步搭建的脉冲电流处理设备可对金属样品缺陷的修复状态进行研究, 辐照或形变产生缺陷可通过电脉冲处理部分“修复”, 缺陷“修复”的效果既与样品本身状态有关, 也与电脉冲处理参数选择有关。纯铁拉伸形变样品脉冲电流处理与退火处理的微观缺陷恢复规律相似, 电脉冲处理样品的正电子平均寿命和维氏硬度变化趋势一致, 正电子湮没作为新的无损检测方法有望真正从原子尺度上给出材料损伤或缺陷“修复”的判据, 可方便、快速及高灵敏探测实际工况部件(如 RPV)的缺陷状态。

**致谢** 感谢中国科学院上海应用物理研究所的李林繁、蒋海青老师对所涉及电子辐照实验的帮助。

**作者贡献声明** 本文由文海懿编写, 完成前期调研、研究设计, 进行数据处理与分析; 由全琪炜完成部分样品的前期处理; 由杨炫烨进行论文审阅与修订; 由赵文增、张思敏进行实验方法的分析; 由吴奕初(通讯作者)完成研究概念的生成, 研究项目管理, 研究课题监管与指导, 研究资金的获取和论文初稿的修改指导; 刘向兵完成研究概念的生成, 研究课题的指导。最后, 全体作者对本文的修改和撰写做出贡献。

### 参考文献

- [1]郝思洁,褚强,李文亚,等. 电脉冲处理对金属材料组织、力学性能影响的研究进展[J]. 材料导报, 2023, 37(04): 136-144. DOI: 10.11896/cldb.21030039
- HAO Sijie, CHU Qiang, LI Wenya, et al. Effect of Electropulsing Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Metallic Materials[J]. Materials Reports, 2023, 37(04): 136-144. DOI: 10.11896/cldb.21030039
- [2]Shen Y Y, Hua Y L, Wang X J, et al. Application of High-Density Electropulsing to Improve the Performance of Metallic Materials: Mechanisms, Microstructure and Properties[J]. Materials, 2018. DOI: 10.3390/ma11020185
- [3]张新房,向思奇,易坤,等. 脉冲电流调控金属固体中的残余应力[J]. 金属学报, 2022, 58(05): 581-598. DOI: 10.11900/0412.1961.2021.00367
- ZHANG Xinfang, XIANG Siqi, YI Kun, et al. Controlling the Residual Stress in Metallic Solids by Electric Current[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2022, 58(05): 581-598. DOI: 10.11900/0412.1961.2021.00367
- [4]Styman P D, Hyde J M, Wilford K, et al. Post-irradiation annealing of Ni-Mn-Si-enriched clusters in a neutron-irradiated RPV steel weld using Atom Probe Tomography[J]. Journal of Nuclear Materials, 2015, 459: 127-134. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2015.01.027
- [5]施耀新. 核反应堆压力容器延寿中的热退火技术应用[J]. 热加工工艺, 2012, 41(10): 213-215. DOI: CNKI:SUN:SJGY.0.2012-10-066
- SHI Yaixin. Application of Heat Annealing for Life Extension of Reactor Pressure Vessel[J]. Hot Working



- Technology, 2012, 41(10): 213-215. DOI: CNKI:SUN:SJGY.0.2012-10-066
- [6]张伟,隋曼龄,周亦胃,等. 高密度电脉冲下材料微观结构的演变[J]. 金属学报, 2003, (10): 1009-1018. DOI: CNKI:SUN:JSXB.0.2003-10-000
- ZHANG Wei, SUI Manling, ZHOU Yizhou, et al. Electropulsing-induced Evolution of Microstructures in Materials[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2003, (10): 1009-1018. DOI: CNKI:SUN:JSXB.0.2003-10-000
- [7]刘学兵,张新房. 核反应堆用不锈钢老化性能再生研究[J]. 核动力工程, 2020, 41(S1): 96-100. DOI: 10.13832/j.jnpe.2020.S1.0096
- LIU Xuebing, ZHANG Xinfang. Toward Regeneration of Aged Reactor Stainless Steels[J]. Nuclear Power Engineering, 2020, 41(S1): 96-100. DOI: 10.13832/j.jnpe.2020.S1.0096
- [8]Xiang S Q, Zhang X F, Ma R. Repairing irreversible hydrogen-induced damages using electric current pulse[J]. International Journal of Hydrogen Energy, 2020, 45: 16909-16917. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2020.04.148
- [9]王少阶,陈志权,王波. 应用正电子谱学[M]. 湖北: 湖北科学技术出版社, 2008: 18-20
- WANG Shaojie, CHEN Zhiquan, WANG Bo. Applied Positron Spectroscopy [M] Hubei: Hubei Science & Technology Publishing House, 2008: 18-20
- [10]曾辉,陈志强,姜静,等. 正电子湮没技术作为材料无损检测的应用研究[J]. 核技术, 2014, 37(06): 26-30. DOI: CNKI:SUN:HJSU.0.2014-06-005
- ZENG Hui, CHEN Zhiquan, JIANG Jing, et al. Application of positron annihilation techniques in non-destructive testing[J]. Nuclear Techniques, 2014, 37(06): 26-30. DOI: CNKI:SUN:HJSU.0.2014-06-005
- [11]丁兆楠. 高能重离子辐照条件下铁基合金硬化及脆化行为研究[D]. 北京: 中国科学院大学(中国科学院近代物理研究所), 2020
- DING Zhaonan. Hardening and embrittlement of Fe based alloys irradiated by high energy heavy ions[D] Beijing: University of the Chinese Academy of Sciences (Institute of Modern Physics, Chinese Academy of Sciences), 2020
- [12]张天慈,王海涛,李正操,等. 国产 RPV 钢铁离子辐照脆化行为的正电子湮灭研究[J]. 金属学报, 2018, 54(04): 512-518. DOI: CNKI:SUN:JSXB.0.2018-04-004
- ZHANG Tianci, WANG Haitao, LI Zhengcao, et al. Positron Annihilation Investigation of Embrittlement Behavior in Chinese RPV Steels after Fe-Ion Irradiation[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2018, 54(04): 512-518. DOI: CNKI:SUN:JSXB.0.2018-04-004
- [13]石见见,邹群,金旻,等. 高注量辐照 RPV 钢的热处理微观结构及其对再辐照损伤行为的影响研究[J]. 核科学与工程, 2021, 41(05): 1060-1066. DOI: CNKI:SUN:HKXY.0.2021-05-025
- SHI Jianjian, ZOU Qun, JIN Yang, et al. Study on Post-irradiation Annealing Microstructure and its Effect on Re-irradiation Damage of Highly Irradiated RPV Steel [J]. Chinese Journal of Nuclear Science and Engineering, 2021, 41(05): 1060-1066. DOI: CNKI:SUN:HKXY.0.2021-05-025
- [14]Dong Y, Zhao Q H, Li Y H, et al. Super high counting rate of positron annihilation lifetime spectrometer achieved via multiple detectors[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 2023, 1055: 168552. DOI: 10.1016/j.nima.2023.168552
- [15]Ohkubo H, Tang Z, Nagai Y, et al. Positron annihilation study of vacancy-type defects in high-speed deformed Ni, Cu and Fe[J]. Materials Science & Engineering A, 2003, 350(1-2):95-101. DOI: 10.1016/S0921-5093(02)00705-0
- [16]Dai G h, Li X H, Moser P, et al. Defect Recovery in  $\alpha$ -Fe e--irradiated at 300 K[J]. Acta Physica Polonica A, 1993,83:277-286. DOI: 10.12693/APhysPolA.83.277
- [17]Kuramoto E,Hironobu A, Takenaka M, et al. Positron annihilation lifetime study of irradiated and deformed Fe and Ni[J]. Journal of Nuclear Materials, 1996, 239:54-60. DOI: 10.1016/S0022-3115(96)00432-1
- [18]Mohamed H, Kwon J, Kim Y M. Vacancy-type defects in cold-worked iron studied using positron

- annihilation techniques[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 2007, 258(2): 429-434. DOI: 10.1016/j.nimb.2007.02.073
- [19]Rudzinska W, Pajak J, Szuszkiewicz M, et al. Positron Annihilation in Polycrystalline Metals Deformed by Uniaxial Tension[J]. Acta Physica Polonica A, 2005, 107(5). DOI: 10.12693/APhysPolA.107.857
- [20]Mohamed K, Calvillo P, Baerdemaeker J, et al. Physical, microstructural and mechanical study of isochronal annealing of deformed commercial iron[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 656: 378-382. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.09.233
- [21]Kasada R. Factors Controlling Irradiation Hardening of Iron-Copper Model Alloy[J]. Proceedings Biological Sciences, 2004, 271 suppl 6(1556): S509-12. DOI: 10.1098/rsbl.2004.0238
- [22]龚毅豪,靳硕学,卢二阳,等. 铁冷轧形变以及热处理对形变缺陷的影响[J]. 原子核物理评论, 2017, 34(03): 646-650. DOI: CNKI:SUN:HWDT.0.2017-03-064
- GONG Yihao, JIN Shuoxue, LU Eryang, et al. Effect of Deformation and Heat-treatment on Deformation-induced Defects in Iron[J]. Nuclear Physics Review, 2017, 34(03): 646-650. DOI: CNKI:SUN:HWDT.0.2017-03-064
- [23]Zeng Z, He J, Xiang Z T, et al. Embrittlement of 316L stainless steel in electropulsing treatment[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2020, 9(5): DOI: 10669-10678. 10.1016/j.jmrt.2020.07.064
- [24]Wang T, Wei X L, Zhang H R, et al. Plastic deformation mechanism transition with solute segregation and precipitation of 304 stainless steel foil induced by pulse current[J]. Materials Science and Engineering: a, 2022, 840: 142899. DOI: 10.1016/j.msea.2022.142899